## NAFTA-GAZ

Nafta-Gaz 2019, nr 9, s. 556-560, DOI: 10.18668/NG.2019.09.04

# Badania temperatury spalania propelantów w układach z przybitką cieczy Testing the combustion temperature of propellants in arrangements with liquid tamping

Łukasz Habera<sup>1</sup>, Antoni Frodyma<sup>1</sup>, Kamil Hebda<sup>1</sup>, Piotr Koślik<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy

<sup>2</sup>Instytut Przemysłu Organicznego w Warszawie, Oddział w Krupskim Młynie

STRESZCZENIE: Celem pracy był bezpośredni pomiar temperatury spalania próbek paliw prochowych (propelantów) mogących znaleźć zastosowanie w pracach szczelinowania gazowego gazonośnych pokładów węgla kamiennego. Eksperymenty prowadzono na specjalnie zaprojektowanym strzałowym stanowisku badawczym. Zaproponowany układ pozwalał na wykonanie rejestracji ciśnień podczas spalania próbek paliw inicjowanych za pomocą zapłonników pirotechnicznych. Na podstawie uzyskanych charakterystyk zmian ciśnienia w czasie p(t) wyznaczone zostały podstawowe parametry użytkowe, tj. temperatura gazów prochowych i maksymalne ciśnienie. Testy polegały na zapłonie wyselekcjonowanych paliw wysokoenergetycznych w warunkach zawodnionych oraz na bezpośrednim pomiarze temperatury i ciśnienia spalania. Wykonano dziewięć pozytywnych prób spalania paliwa wysokoenergetycznego o różnej masie. Głównym wyzwaniem w pracy była próba odpowiedzenia na pytanie czy metoda stymulacji przypływu płynu do odwiertu dobrze sprawdzona w otworach ropnych i gazowych może znaleźć zastosowanie w pracach ułatwiających przepływ metanu w formacjach węglowych. Metoda oparta na szczelinowaniu gazowym z wykorzystaniem materiałów wysokoenergetycznych polega na niedetonacyjnym indukowaniu radialnej siatki szczelin w strefie przyotworowej. Zakres badań obejmuje dziewięć testów strzałowych na poligonie doświadczalnym realizowanych z użyciem różnych paliw prochowych spalanych w warunkach zawodnionych – z tzw. przybitką w postaci cieczy. Stalowe modele strzałowe zostały przygotowane tak, aby imitować warunki typowe dla tych, które dominują w stymulowanej warstwie węgla. Wstępne badania przeprowadzone w INiG – PIB wykazują, iż bezpośrednie przełożenie technologii szczelinowania z użyciem propelantów (znanej z przemysłu naftowego) na zabiegi szczelinowania pokładów węgla kamiennego wydaje się być niemożliwe. Adaptacji do warunków fizycznych zalegania wegla kamiennego wymaga przede wszystkim paliwo propelantowe. Głównym problemem postawionym w artykule jest wybór propelantu, którego temperatura spalania nie przekroczy 580°C, przy której następuje samozapłon metanu. Weryfikacja paliw prochowych (propelantów) mogących znaleźć zastosowanie w procesie szczelinowania gazowego złóż niekonwencjonalnych, a zwłaszcza gazonośnych pokładów węgla będzie realizowana na drodze badań poligonowych z wykorzystaniem komory strzałowej.

Słowa kluczowe: szczelinowanie gazowe, paliwa prochowe, testy poligonowe, metan z pokładów węgla.

ABSTRACT: The work was aimed at direct measurement of the combustion temperature of powder fuel samples (propellants) that may find application in gas-fracturing works in coal-bed methane strata. The experiments were performed on a purposefully designed blasting test stand. The proposed arrangement enabled recording pressures created during the combustion of propellant samples, ignited by means of pyrotechnic igniters. On the grounds of the obtained pressure change characteristics in time p(t), the basic operating parameters were determined, i.e. the temperature of propellant-generated gases and the maximum pressure. The tests consisted in igniting selected highenergy fuels in water-flooded conditions and in direct temperature and combustion pressure measurements. Nine successful tests of highenergy fuel combustion, featuring various masses, were performed. The goal of the study was to answer the question whether the method which stimulates medium influx to the borehole, well-known for applications in the oil sector, can be applied in coal bed stimulation. The method, based on gas fracturing with the use of high-energy materials, consists in making non-detonation cracking of the rock bed in the shape of several radial fractures in the zone near the borehole. The scope of the study comprises test shots in the testing ground using selected propellant charges. The steel-pipe models were prepared so as to imitate the conditions typical of those dominating in the borehole, and methodology was developed for appropriate evaluation of the test results. Initial studies carried out in Oil and Gas Institute - National Research Institute have proved that direct transformation of fracturing technology with propellants known from the oil industry into coal seams appears to be impossible. First and foremost, the propellant fuel itself requires adaptation to physical conditions of coal deposition. The main issue in the work is selection of the propellant, the combustion temperature of which would not exceed 580°C, at which self-ignition of methane occurs. Verification of powder fuels (propellants) that may find use in gas-fracturing process of unconventional resources, particularly coal-bed methane strata, will be executed by means of fire-ground tests with use of a blasting chamber.

Key words: gas-fracturing, powder fuels, fire-ground tests, coal-bed methane.

Autor do korespondencji: Ł. Habera, e-mail: lukasz.habera@inig.pl

Artykuł nadesłano do Redakcji 5.06.2019 r. Zatwierdzono do druku 8.08.2019 r.

#### Wstęp

Już pierwsze badania przeprowadzone w INiG – PIB wykazały, iż bezpośrednie przełożenie technologii szczelinowania z użyciem propelantów (znanej z przemysłu naftowego) na grunt węglowy wydaje się być niemożliwe. Adaptacji do warunków fizycznych zalegania węgla kamiennego wymaga przede wszystkim paliwo propelantowe. Głównym problemem postawionym w referacie jest wybór propelantu, którego temperatura spalania nie przekroczy 580°C, przy której następuje samozapłon metanu. Weryfikacja paliw prochowych (propelantów) mogących znaleźć zastosowanie w procesie szczelinowania gazowego złóż niekonwencjonalnych, a zwłaszcza gazonośnych pokładów węgla będzie realizowana na drodze badań poligonowych z wykorzystaniem komory strzałowej.

W toku prac przygotowano próbki paliw na bazie małogabarytowego paliwa heterogenicznego (MPH), zróżnicowanych ze względu na gramaturę (tab. 1) oraz skład (paliwa ozn. jako P1 do P4, o różnej zawartości HTPB (kauczuk syntetyczny z grupy kauczuków polibutadienowych), nadchloranu potasu (KClO<sub>4</sub>) oraz modyfikujących dodatków. Prace innych autorów dotyczące technologii i zastosowania paliw tego typu, w tym do zastosowań górniczych przedstawia wybrany załączony wykaz literatury (Florczak et al., 2013; Florczak, 2013; 2016).

Etap przygotowania próbek paliw do badań w komorze ciśnieniowej obejmował również wykonanie niezbędnego układu inicjującego zapłon paliw oraz pokrywania powierzchni paliw tzw. inhibitorem w celu zapewnienia liniowego przebiegu spalania próbki.

#### Materiał badawczy – przygotowanie próbek propelantu

Do badań w komorze spalania wytypowano paliwo MPH o zmiennym składzie i gęstości (tab. 1) o średnicy zewnętrznej D = 40 mm z centralnym kanałem o średnicy d = 18 mm (rys. 1). Dla każdego typu paliwa wykonano (wycięto) po trzy próbki, odpowiednio o masie 20 g, 30 g oraz 40 g.

Dodatkowo wykonano 3 próbki paliw do celów własnych oraz kalibracji układu.

Łącznie wykonano 12 próbek, przewidzianych do 9 testów w komorze spalania. Próbki paliw inhibitowano masą poliestrową z dodatkiem włókna szklanego (rys. 2) (Frodyma, 2012; Frodyma i Habera, 2013). W celu zabezpieczenia masy zapłonowej oraz główki zapalającej przed wpływem cieczy zabiegowej zmontowane próbki paliwa oblewano masą uszczelniającą o nazwie handlowej "hotmelt". Bazą "hotmeltów" jest kopolimer etylenu z octanem winylu (EVA) lub poliuretanu (PUR) czy poliolefiny (PO). W skład masy wchodzą również żywice naturalne lub syntetyczne.

<b>Tabela 1.</b> Srednie wartości gęstości dla otrzymanych paliw
Table 1. The average density values for received propellants

Oznaczenie paliwa	Gęstość [g/cm³]
P1	1,8617
P2	1,8943
P3	1,7731
P4	1,7462



**Rys. 1.** Widok paliwa heterogenicznego **Fig. 1.** A view of the heterogeneous propellant



**Rys. 2.** Widok próbek paliwa przygotowanych do badań (zainhibitowanych masą poliestrową)

**Fig. 2.** A view of the propellant samples prepared for testing (inhibited with polyester mass)

Zapłon paliwa odbywa się w procesie pobudzenia główką zapalczą mieszaniny masy pirotechnicznej typu PS z rozdrobnionym paliwem typu NDT-3. Mieszanina wraz z główką zapalczą umieszczana była w kanale paliwa.

#### Układ badawczy – przebieg testów strzałowych

Zbiornik – komora spalania składa się z grubościennej rury bez szwu, do której przyspawane zostało dno. Górna część korpusu (rury) zamykana jest głowicą pomiarową (rys. 3). Objętość zbiornika wynosi 15,5 litra. W głowicy wykonane zostały przepusty służące zarówno do pomiarów – ciśnienia i temperatury oraz przepusty prądowe i zapłonowe. Część pomiarowa składała się z oscyloskopu cyfrowego AGILENT, który rejestrował sygnał z czujnika temperatury CZAKI TP-220N-b-100 oraz piezorezystancyjnego czujnika ciśnienia ADZ NAGANO serii SML-31.0 (Frodyma i Koślik, 2016).

### NAFTA-GAZ



**Rys. 3.** Widok układu przed i po zamknięciu komory spalania **Fig. 3.** A view of the testing setup prior to and after closure of the combustion chamber

W badaniach parametrem zmiennym była gęstość ładowania paliwa, która regulowana była ilością cieczy w komorze zbiornika oraz masą paliwa. Zbiornik ciśnieniowy (komora spalania) wypełniany był każdorazowo cieczą zabiegową w postaci czystej wody lub mieszaniny wody, saletry amonowej i mocznika.

#### Wyniki badań strzałowych

W toku pracy badawczej przeprowadzono serię badań strzałowych, na którą złożyło się dziewięć testów spalania próbek paliw prochowych w zamkniętej komorze spalania. Przygotowane próbki paliwa różniące się gramaturą (20–30–40 g) zostały skutecznie spalone w celu wyznaczenia temperatury spalania w otoczeniu przybitki cieczowej. Uzyskane wyniki zebrano w formie tabelarycznej i wykresów, co zostało przedstawione poniżej tabeli nr 2.

 Tabela 2. Wyniki pomiarów bezpośrednich ciśnienia i temperatury

 spalania propelantów w warunkach zawodnionych

**Table 2.** Results of direct measurements of propellants' combustion pressure and temperature in water-flooded conditions

Numer testu	Ciśnienie	Temperatura	Masa próbki	Objętość wolna	Gęstość ładowania
	[MPa]	[°C]	[g]	[dm <sup>3</sup> ]	[g/dm <sup>3</sup> ]
1	0,73	1050	20	3,165	6,32
2	7,70	1091	30	0,320	93,75
3	12,19	226	40	0,250	160,00
4	8,30	176	20	0,180	111,11
5	14,94	298	30	0,150	200,00
6	20,50	258	40	0,150	266,67
7	14,86	281	20	0,125	160,00
8	23,84	269	40	0,125	320,00
9	31,77	442	30	0,070	428,57

Na rysunku 4 przedstawiono w formie wykresu uzyskane wartości temperatury spalania propelantów w środowisku przybitki cieczy.



**Rys. 4.** Zestawienie zbiorcze wyników pomiaru temperatury dla wszystkich 9 testów

**Fig. 4.** Summary listing of temperature measurement results for all 9 tests



**Rys. 5.** Zestawienie zbiorcze wyników pomiaru ciśnienia dla wszystkich 9 testów

**Fig. 5.** Summary listing of pressure measurement results for all 9 tests

Wspólne zestawienie zarejestrowanych wartości maksymalnych ciśnienia i temperatury z uwzględnieniem masy zastosowanych ładunków propelantowych przedstawiono na rysunku 6.



**Rys. 6.** Wyniki pomiaru wartości maksymalnej temperatury i ciśnienia dla testów nr 1–9

**Fig. 6**. Measurement results of maximum temperature and pressure values for tests No. 1–9

Dla czytelniejszego zobrazowania efektów prac strzałowych i zmierzonej temperatury na rysunkach 7, 8 oraz 9 przedstawiono uzyskane wyniki z rozróżnieniem na wagę spalanej próbki.



Rys. 7. Wyniki pomiaru temperatury spalania próbek propelantu o wadze 20 g









Fig. 8. Results of 30 g propellant samples combustion temperature measurements

#### Rys. 9. Wyniki pomiaru temperatury spalania próbek propelantu o wadze 40 g

Fig. 9. Results of 40 g propellant samples combustion temperature measurements

#### Podsumowanie i wnioski

Istotna obserwacja płynaca ze zrealizowanych badań jest unaocznienie wpływu płynu zabiegowego na obniżenie temperatury spalania propelantów w przestrzeni zamkniętej, co ma szczególne znaczenie dla zabiegów szczelinowania gazowego pokładów węgla. Niższa temperatura to ograniczone niebezpieczeństwo zapalenia pokładu węgla i zredukowane ryzyko doprowadzenia pokładu wegla do warunków temperaturowych samozapłonu metanu (<580°C @1 atm). Przyrosty temperatury notowane w tym cyklu badań nie przekraczają średnio 300°C i są znacznie niższe niż temperatury zarejestrowane w warunkach napowietrznych (>1800°C).

Kluczowe etapy prac objęły następujące czynności badawczo pomiarowe:

- Wytypowano i przygotowano próbki paliwa typu MPH o zmiennym składzie, gestości i gramaturze oznaczone kolejno: P1, P2, P3. Wszystkie przygotowane paliwa o masach 20, 30 i 40 g zainhibitowano oraz uszczelniono masą typu hotmelt®.
- Testy wykonano w specjalnej komorze spalań wypełnianej cieczą zabiegową o potencjalnych właściwościach palnych. Parametry spalania takie, jak ciśnienie i temperatura regulowane były wskutek zmiany gęstości ładowania wynikającej z masy spalanych paliw oraz stopnia wypełnienia ciecza zbiornika.
- W toku badań każdorazowo zarejestrowano profil zmian temperatury spalanych propelantów, co było przedmiotem i głównym celem niniejszej pracy statutowej. Największą wartość temperatury (w piku) zaobserwowano w teście nr 2, która wyniosła  $T_{\text{max}} = 1091$ °C, zaś wartość minimalną  $T_{\min} = 176^{\circ}$ C ujawniono w teście nr 4.
- . Dwa pierwsze eksperymenty (test 1 i test 2) zdradzają nieco inne zachowanie badanej substancji w porównaniu z pozostałymi obserwacjami. Zapewne jest to konsekwencją założonego planu badań uwzględniającego rozpoczęcie testów z pewnym buforem bezpieczeństwa, jaki stanowiła większa objętość tzw. wolna (mniej cieczy w komorze spalania). Konsekwencja takiego gospodarowania przestrzenią wolną jest fakt, iż próbka badanego propelantu znajdowała się (jak w każdym przypadku) bezpośrednio pod głowica uszczelniającą a więc w części suchej - w momencie inicjacji zapłonu powyżej lustra cieczy. Efektem tego jest zarejestrowanie przede wszystkim temperatury gazów postrzałowych, a nie temperatury nagazowanej (nasyconej) mieszaniny cieczowo-gazowej. Czujnik temperatury w postaci termopary posadowiony jest w szczycie komory spalania. Z punktu widzenia fizyki procesu spalania ta sama sytuacja dotyczy przebiegu testu nr 2.

## NAFTA-GAZ

• Zakres uzyskanych przyrostów ciśnień mierzonych w punktach szczytowych profilu zamykał się w przedziale od  $P_{\rm max} = 0.73$  MPa w teście nr 1 do  $P_{\rm max} = 31,77$  MPa w teście nr 9. Daleko odbiegający wynik w eksperymencie pierwszym spowodowany był największą pozostawioną objętością wolną, w której spalała się próbka propelantu, czemu towarzyszyła najmniejsza waga próbki (m = 20 g).

Charakterystyka spalania paliw prochowych poddanych badaniom wskazuje na możliwość wystąpienia zagrożenia w postaci zapłonu, w przypadku kontaktu metanu z gorącymi gazami prochowymi. Warunki takie mogą wystąpić jedynie w sytuacjach awaryjnych, przez które można rozumieć długotrwałe oddziaływanie propelantu na uwolniony metan oraz obecność tlenu w otworze zabiegowym. Jakkolwiek spalanie (oddziaływanie) ładunków propelantowych mierzone jest w milisekundach, a przybitka cieczy odcina dopływ tlenu do strefy zabiegu, to jednak sama teoretyczna możliwość wystąpienia takiego zagrożenia jest obecnie hamulcem w rozwoju tej technologii. Optymistyczną obserwacją płynącą z zakończonej pracy jest fakt, iż prowadzenie zabiegu szczelinowania gazowego (szczególnie w formacjach węglowych) jest zasadne wyłącznie z zastosowaniem ciekłej przybitki, która (jak pokazano w ostatniej serii badań) ogranicza odstęp tlenu do miejsca zabiegu i dodatkowo odbiera znaczną cześć energii cieplnej.

Artykuł powstał na podstawie pracy statutowej pt.: *Badania temperatury spalania propelantów w układach z przybitką cieczową* – praca INiG – PIB na zlecenie MNiSW, nr zlecenia 0034/ ST/2018, nr archiwalny ST-4101-0004/2018.

#### Literatura

- Florczak B., 2013. Study on double-base propellant with laboratory rocket motor. *Przemysł Chemiczny*, 92: 1024–1045.
- Florczak B., 2016. Charakterystyka stałych heterogenicznych paliw rakietowych (SHPR). W: Florczak B. (red.), Stałe heterogeniczne paliwa rakietowe na bazie kauczuku HTPB. *Wyd. Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa*.
- Florczak B., Białek M., Szczepaniak M. 2013. Studies on elaborating Non-homogeneous solid rocket propellant for propellant cardridge. *Chemik*, 67: 25–32.

- Frodyma A., 2012. Zasady i podstawy projektowania zabiegów stymulacji otworów wiertniczych z zastosowaniem paliw stałych. *Nafta-Gaz*, 9: 590–601.
- Frodyma A., Habera Ł., 2013. Zasady oddziaływań fizycznych paliw stałych w środowisku otworu wiertniczego i skał złożonych i ich implikacje dla prac stymulacyjnych. *Materiały Wysokoenergetyczne*, 5: 59–71.
- Frodyma A., Koślik P., 2016. Analiza numeryczna ładunków kumulacyjnych do inicjowania propelantów modyfikowanych. *Nafta-Gaz*, 10: 841–850. DOI: 10.18668/NG.2016.10.09.



Dr inż. Łukasz HABERA Adiunkt w Zakładzie Techniki Strzelniczej Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy ul. Lubicz 25 A 31-503 Kraków E-mail: *lukasz.habera@inig.pl* 



Mgr inż. Antoni FRODYMA Główny specjalista inżynieryjno-techniczny; kierownik Zakładu Techniki Strzelniczej Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy ul. Lubicz 25 A 31-503 Kraków E-mail: *antoni.frodyma@inig.pl* 



Mgr inż. Kamil Hebda Specjalista inżynieryjno-techniczny w Zakładzie Techniki Strzelniczej Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy ul. Lubicz 25 A 31-503 Kraków E-mail: *kamil.hebda@inig.pl* 



Mgr inż. Piotr KOŚLIK Specjalista badawczo-techniczny w Instytucie Przemysłu Organicznego w Warszawie Oddział w Krupskim Młynie. ul. Zawadzkiego 1 42-693 Krupski Młyn E-mail: *piotr:koslik@ipo.waw.pl*